

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

<p>98-363610/32 C03 D21 E16 (E14) MERE 96.12.21 MERCK PATENT GMBH *DE 19653892-A1 96.12.21 96DE-1053892 (98.06.25) A61K 7/42, 7/48 Cosmetic composition containing sun screen filter and stabiliser - contains cinnamic acid derivative as sun screen and ethyl 3-(N- butyl-acet-amino)propionate as stabiliser C98-111919 Addnl. Data: KURZ T, WILLE D, HITZEL S</p>	<p>C(10-D3, 14-R5) D(8-B9A, 8-B11) E(10-D3D) .2</p>
<p>Process for improving the photo-stability of cinnamic acid derivative (II) light filters in cosmetic formulations comprises adding ethyl 3-(N- butylacetamino)-propionate (I) as stabiliser.</p> <p>Also claimed are the cosmetic formulations obtained.</p> <p><u>USE</u></p> <p>The cosmetic is a sun protection oil, cream, lotion, emulsion, gel, stick, powder, aerosol or spray. The composition may be used to prevent inflammation and allergies of the skin, for protection from certain kinds of cancer, and partly as an insect repellent. (I) acts as a solvent for (II).</p>	<p><u>ADVANTAGE</u></p> <p>The cosmetic contains a higher concentration of light filters (claimed). (I) is a highly polar oil which dissolves well in common cosmetic oils as well as in water, so can be used in high concentration, and has high chemical stability, with resistance to hydrolysis, oxidation and photo-oxidation, and sweat resistance. (I) is non-toxic, non-allergic and non-sensitising, and is well tolerated by the skin and mucous membranes.</p> <p><u>PREFERRED COMPOSITION</u></p> <p>(II) is 'Eusolex 2292' (RTM : p-methoxycinnamic acid octyl ester), isoamyl-p-methoxycinnamic acid ester and/or diethanolamine- p-methoxycinnamic acid ester. The formulation contains 0.01-40 wt.% (II), and 0.1-90 wt.% (I). The formulation may contain other light filters based on different classes of substances.</p> <p><u>EXAMPLE</u></p> <p>A pump-spray comprising 25 wt.% 3-(N-butylacetamino)- propionic acid ethyl ester, 5 wt.% 'Eusolex 2292 Type 105382' DE 19653892-A+</p>

(RTM), 15 wt.% 'Eutanol G' (RTM), 0.3 wt.% 'Fragrance Oil 72980'
and the balance ethanol (96 %) was prepared by dissolving the
'Eusolex 2292' (RTM) in the 'Eutanol G' (RTM), then stirring in the
other components and then filling the formulation into a suitable
pump-spray system vessel.

STABILITY DATA

A test solution was prepared, containing 0.8 wt.% 'Eusolex 2292
Type 105382' (RTM : p-methoxycinnamic acid ester), 10 wt.%
'Luviskol VA 37 E', 10 wt.% (I) and the balance ethanol (96 %). A
comparison composition was prepared without (I). The solutions (0.5
ml) were used to form a 25 µm thick coating on a quartz plate and the
dry coating was then exposed to UV radiation greater than 290 nm in
wavelength. Degradation of the 'Eusolex 2292' (RTM) in the test
solution (with results from the comparison solution in brackets) was as
follows 25.9 (34.4) % following exposure to 25 W/m² radiation,
increasing to 50.2 (83.1) % when exposed to 300 W/m² radiation. (LJ)
(8pp2382DwgNo.0/0)

DE 19653892-A



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 196 53 892 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁶:
A 61 K 7/42
A 61 K 7/48

②1 Aktenzeichen: 196 53 892.0
②2 Anmeldetag: 21. 12. 96
④3 Offenlegungstag: 25. 6. 98

DE 196 53 892 A 1

⑦1 Anmelder:
Merck Patent GmbH, 64293 Darmstadt, DE

⑦2 Erfinder:
Kurz, Thekla, Dr., 64285 Darmstadt, DE; Wille,
Dorothee, 64291 Darmstadt, DE; Hitzel, Sabine,
64409 Messel, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤4 Verwendung von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester zur Verbesserung der Fotostabilität von Lichtschutzfiltern der Substanzklasse der Zimtsäurederivate

⑤7 Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester zur Verbesserung der Fotostabilität von Lichtschutzfiltern, die zu der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gehören, in kosmetischen Zubereitungen sowie kosmetische Zubereitungen, enthaltend mindestens einen Lichtschutzfilter der Substanzklasse der Zimtsäurederivate, wobei zur Verbesserung der Fotostabilität dieses Lichtschutzfilters 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester verwendet wird. Ferner betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Verbesserung der Fotostabilität von Lichtschutzfiltern der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gegen ultraviolette Strahlung in kosmetischen Formulierungen, durch Zugabe einer wirksamen Menge an 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester.

DE 196 53 892 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft unter anderem die Verwendung von 3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester zur Verbesserung der Stabilität von Lichtschutzfiltern aus der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gegen ultraviolette Strahlung in kosmetischen Formulierungen.

Bekanntlich reagiert die Haut empfindlich auf Sonnenstrahlen, welche einen gewöhnlichen Sonnenbrand oder ein Erythem, aber auch mehr oder weniger ausgeprägte Verbrennungen hervorrufen können.

Sonnenstrahlen haben aber auch andere negative Wirkungen: sie bewirken, daß die Haut ihre Elastizität verliert und sich Falten bilden und führen somit zu einer frühzeitigen Alterung. Manchmal kann man auch Dermatosen beobachten.

Im extremen Fall kommt es bei manchen Menschen zum Auftreten von Hautkrebs.

Es ist auch wünschenswert, Haare gegen photochemische Schäden zu schützen, um Veränderungen von Farbnuancen, ein Entfärben oder Schäden mechanischer Art zu verhindern.

Bekanntlich wird der gefährlichste Teil der Sonnenstrahlen von den ultravioletten Strahlen mit einer Wellenlänge von weniger als 400 nm gebildet. Bekannt ist auch, daß durch das Vorhandensein der Ozonschicht der Erdatmosphäre, die einen Teil der Sonnenstrahlung absorbiert, die untere Grenze der ultravioletten Strahlen, welche die Erdoberfläche erreichen, bei ca. 280 nm liegt.

Das Problem bei vielen Sonnenschutzpräparaten ist jedoch, daß viele Lichtschutzfilter empfindliche Substanzen sind und eine geringe Stabilität gegenüber den ultravioletten Strahlen aufweisen; sie zersetzen sich mehr oder weniger schnell. Dadurch ergeben sich Probleme bei der Haltbarkeit bzw. Wirksamkeit der entsprechenden kosmetischen Formulierungen. Diese Präparate zeigen keine dauerhafte Wirkung bei einer längeren Sonnenbestrahlung, so daß eine in regelmäßigen Abständen zu wiederholende Anwendung auf die Haut oder die Haare notwendig wird.

Die Lichtschutzfilter der Substanzklasse der Zimtsäurederivate sind bekannte und viel eingesetzte Lichtschutzfilter, insbesondere auch deshalb, weil sie ein hervorragendes Lösungsmittel für viele andere Lichtschutzfilter, welche teilweise sonst nicht in den entsprechenden kosmetischen Formulierungen in genügender Menge löslich wären, darstellen.

Jedoch läßt die Stabilität dieser Substanzklasse auch zu wünschen übrig, und es mangelt noch an Substanzen, die den Formulierungen zur Stabilisierung der Lichtschutzfilter zugegeben werden können aber die ansonsten die Wirkung und die Zusammensetzung der kosmetischen Präparate nicht negativ beeinträchtigen.

Es erscheint somit wünschenswert, in bezug auf die Lichtschutzfilter stabilere kosmetische Präparate zur Verfügung zu stellen, die mindestens einen Lichtschutzfilter der Substanzklasse der Zimtsäurederivate enthalten und welche UV-Strahlen in einem Wellenlängenbereich von 280 bis 400 nm absorbieren können, d. h. sowohl UVB-Strahlen mit einer Wellenlänge zwischen 280 und 320 nm, die bei der Bildung eines Sonnenerythems eine entscheidende Rolle spielen, wie auch UVA-Strahlen mit einer Wellenlänge zwischen 320 und 400 nm, welche die Haut bräunen, aber auch altern lassen, die Auslösung einer erythematösen Reaktion begünstigen oder diese Reaktion bei bestimmten Menschen vergrößern oder sogar phototoxische oder photoallergische Reaktionen auslösen können.

Die heute üblichen Sonnenschutzfilter in der Kosmetik werden in UVA- bzw. UVB-Filter unterteilt. Für beide UV-Bereiche gibt es viele aus der Fachliteratur bekannte und bewährte Substanzen, beispielsweise seien hier nur Substanzen wie Phenylbenzimidazol-5-sulfonsäure (Eusolex® 232), Benzophenon-Derivate (Eusolex® 4360), Benzoyl- oder Dibenzoylmethanderivate (Eusolex® 9020 oder Parsol® 1789, Eusolex 8020), Triazon-Derivate (Uvinul T150®), Salicylat-Derivate (Eusolex HMS®, Eusolex OS®), der Benzylidencampher-Derivate (Eusolex® 6300), Octocrylen (Eusolex OCR®), anorganische Lichtschutzfilter aus der Gruppe Titandioxid und Zinkoxid aufgeführt.

Es ist aber auch bekannt, daß die Lichtschutzfilter im allgemeinen nur eine relativ niedrige Löslichkeit in den in der Kosmetik verwandten Ölen aufweisen, und somit ihr Filterpotential nicht voll zur Geltung kommen kann.

Die Substanzen der Zimtsäurederivate, insbesondere der p-Methoxyzimtsäureoctylester, dienen oftmals, neben der Funktion als Lichtschutzfilter, als Lösungsmittel für andere UV-Filter, und werden somit oft in Kombination mit verschiedenen Filtern eingesetzt.

Überraschend wurde nun gefunden, daß die Lichtschutzfilter der Zimtsäureklasse in Anwesenheit der Substanz 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester eine deutlich höhere Fotostabilität aufweisen.

Die Substanz 3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester hat bekanntermaßen eine insektenabwehrende Wirkung, und wird somit in kosmetische Formulierungen, die zur Abwehr von Insekten angewandt werden, eingearbeitet.

3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester wird üblicherweise in Konzentrationen bis zu 30% in kosmetische Formulierungen eingearbeitet. Es handelt sich hierbei um ein sehr polares Öl, das sich durch seine Mischbarkeit mit Wasser und Ölen von den traditionellen kosmetischen Ölen unterscheidet.

Diese Substanz bietet ferner den großen Vorteil, keine toxischen oder allergischen Reaktionen gegenüber der Haut zu zeigen.

Die erfindungsgemäßen Formulierungen können auch zur vorbeugenden Behandlung von Entzündungen und Allergien der Haut, zur Verhütung bestimmter Krebsarten und auch teilweise zur Insektenabwehr verwendet werden.

Sie verteilen sich gleichmäßig in den herkömmlichen kosmetischen Trägern und können insbesondere in Fettträgern einen kontinuierlichen Film bilden; sie können auf diese Weise auf die Haut aufgetragen werden, um einen wirksamen Schutzfilm zu bilden.

In der EP 0 717 982 wird die Erhöhung der Fotostabilität von Lichtschutzfiltern basierend auf den Dibenzoylmethanderivaten durch Zugabe einer effektiven Menge einer Amidverbindung beschrieben. Jedoch ist keinerlei Hinweis darin enthalten, daß Zimtsäurederivate ebenfalls durch eine solche Amidverbindung, wie sie auch der 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester darstellt, stabilisiert werden könnte.

Die erfindungsgemäße Entdeckung ist aus dem Stand der Technik auch nicht durch einfache Schlußfolgerung ableitbar, da andere Substanzklassen, wie z. B. Derivate der p-Aminobenzoesäure oder der Phenylbenzimidazolsulfonsäuren, nicht durch 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester stabilisiert werden können, sondern im Gegenteil, bei diesen Substanzen die Stabilität in Anwesenheit dieser Substanz sogar abnimmt.

Gegenstand der Erfindung ist somit die Verwendung von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester zur Verbesse-

rung der Fotostabilität von Lichtschutzfiltern, die zu der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gehören, in kosmetischen Formulierungen.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine kosmetische Zubereitung, enthaltend mindestens einen Lichtschutzfilter der Substanzklasse der Zimtsäurederivate, dadurch gekennzeichnet, daß zur Verbesserung der Photostabilität dieses Lichtschutzfilters 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester verwendet wird.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Verbesserung der Photostabilität von Lichtschutzfiltern der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gegen ultraviolette Strahlung in kosmetischen Formulierungen, dadurch gekennzeichnet, daß man eine wirksame Menge an 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester zu der entsprechenden Formulierung zugibt.

In einer bevorzugten Ausführungsform werden als Lichtschutzfilter p-Methoxyzimtsäureoctylester (Eusolex® 2292, Merck KGaA), Isoamyl-p-methoxyzimtsäureester und/oder Diethanolamin-p-methoxyzimtsäureester eingesetzt. Insbesondere bevorzugt wird Eusolex® 2292 verwendet.

Der Gehalt an Lichtschutzfilter in der erfindungsgemäßen kosmetischen Zubereitung beträgt vorzugsweise 0.01 bis 40 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt ist ein Gehalt von 1 bis 20 Gew.-%. Eine weitere ganz besonders bevorzugte Ausführungsform enthält 3 bis 10 Gew.-%.

Der Gehalt an 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester der zusätzlich oft als Lösungsvermittler für weitere Lichtschutzfilter dient, beträgt vorzugsweise 0,1 bis 90 Gew.-%, insbesondere bevorzugt 1 bis 30 Gew.-%.

Die Lichtschutzfilter der Zimtsäureklasse können in den erfindungsgemäßen kosmetischen Formulierungen alleine oder in Kombination mit einem oder mehreren UV-Filtern anderer Substanzklassen vorliegen, die jeweils in einer Menge von 0.01 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise von 0.1 bis 10 Gew.-% enthalten sein können.

Da das Eusolex® 2292 wie schon erwähnt ein sehr gutes Lösungsmittel für andere UV-Filter darstellt, wird es vorzugsweise kombiniert mit anderen UV-Filtern eingesetzt, wodurch in hergestellten Formulierungen eine erhöhte Gesamtkonzentration an enthaltenem Lichtschutzfilter erzielt wird.

Die Substanz 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester ist, wie schon erwähnt, bekannt als ein Insekt-Repellent. Das Insekt-Repellent kann im Handel bezogen werden, z. B. von der Firma Merck KGaA, Darmstadt. Formulierungen, die unter Verwendung dieser Substanz erhalten werden, besitzen daher eine durchaus erwünschte Insektenabwehrende Wirkung.

Das Insekt-Repellent zeigt so hervorragende Eigenschaften wie eine sehr gute Haut- und Schleimhautverträglichkeit ohne toxische, allergisierende oder sensibilisierende Eigenschaften.

Ferner weist die Substanz eine hohe chemische Stabilität, d. h. keine Hydrolysierbarkeit, keine Photooxidierbarkeit, keine Oxidierbarkeit, hohe Thermostabilität und hohe Schweißfestigkeit auf.

Weiterhin ist diese Substanz mit den gängigen kosmetischen und pharmazeutischen Formulierungsgrundlagen gut verträglich und mischbar.

Aufgrund seines Löslichkeitsprofils mischt sich die Substanz mit Ölen und Wasser, somit unterscheidet es sich deutlich von den traditionellen kosmetischen Ölen.

Diese Eigenschaften führen nun zu einer sehr hohen Löslichkeit von bekannten Lichtschutzfiltern.

Daher ist die Kombination von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester mit Eusolex® 2292 so hervorragend geeignet, um weitere, sonst nur in geringen Konzentrationen lösliche UV-Filter, in die kosmetischen Zubereitungen einzubringen, dazu noch mit einer erhöhten Fotostabilität.

Gegenstand der Erfindung ist ferner ein Verfahren zum Schutz der Haut und/oder natürlich oder sensibilisierter Haare vor Sonnenstrahlen, wobei auf die Haut oder die Haare eine kosmetische Zubereitung gemäß der vorliegenden Erfindung aufgetragen wird.

Mit "sensibilisierten Haaren" sind Haare gemeint, welche einer Dauerwellenbehandlung, einem Färbe- oder Entfärbe-prozeß unterzogen worden sind.

Wird die erfindungsgemäße kosmetische Zubereitung zum Schutz menschlicher Epidermis gegen UV-Strahlen verwendet, liegt sie in verschiedenen, für diesen Typ üblicherweise verwendeten Formen vor. So kann sie insbesondere in Form ölig, ölig-wässriger, wässrigalkoholischer oder ölig-alkoholischer Lotionen, Emulsionen, wie als Creme oder als Milch (W/O oder O/W), in Form ölig-alkoholischer, ölig-wässriger oder wässrig-alkoholischer Gele oder als feste Stifte oder Puder vorliegen oder als Spray oder Aerosol konfektioniert sein.

Die erfindungsgemäße Formulierung kann weitere kosmetische Adjuvanzen enthalten, welche in dieser Art von Zubereitungen üblicherweise verwendet werden, wie z. B. Verdickungsmittel, weichmachende Mittel, Befeuchtungsmittel, grenzflächenaktive Mittel, Konservierungsmittel, Mittel gegen Schaumbildung, Parfüms, Wachse, Lanolin, Treibmittel, Farbstoffe und/oder Pigmente, welche das Mittel selbst oder die Haut färben, und andere in der Kosmetik gewöhnlich verwendete Ingredienzien.

Man kann als Solubilisierungsmittel ein Öl, Wachs oder sonstigen Fettkörper, einen niedrigen Monoalkohol oder ein niedriges Polyol oder Mischungen davon verwenden. Zu den besonders bevorzugten Monoalkoholen oder Polyolen zählen Ethanol, i-Propanol, Propylenglycol, Glycerin und Sorbit.

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung ist eine Emulsion, welche als Schutzcreme oder -milch vorliegt und außer einem oder mehreren Lichtschutzfaktoren und dem 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester Fettsäureethylester, insbesondere Triglyceride von Fettsäuren, Fettsäuren, Lanolin, natürliche oder synthetische Öle oder Wachse und Emulgatoren in Anwesenheit von Wasser umfaßt.

Weitere bevorzugte Ausführungsformen stellen ölige Lotionen auf Basis von natürlichen oder synthetischen Ölen und Wachsen, Lanolin, Fettsäureestern, insbesondere Triglyceriden von Fettsäuren, oder ölig-alkoholische Lotionen auf Basis eines Niedrigalkohols, wie Ethanol, oder eines Glycols, wie Propylenglycol, und/oder eines Polyols, wie Glycerin, und Ölen, Wachsen und Fettsäureestern, wie Triglyceriden von Fettsäuren, dar.

Die erfindungsgemäße kosmetische Zubereitung kann auch als alkoholisches Gel vorliegen, welches einen oder mehrere Niedrigalkohole oder -polyole, wie Ethanol, Propylenglycol oder Glycerin, und ein Verdickungsmittel, wie Kiesel-erde umfaßt. Die ölig-alkoholischen Gele enthalten außerdem natürliches oder synthetisches Öl oder Wachs.

Die festen Stifte bestehen aus natürlichen oder synthetischen Wachsen und Ölen, Fettalkoholen, Fettsäuren, Fettsäureestern, Lanolin und anderen Fettkörpern.

Ist eine Zubereitung als Aerosol konfektioniert, verwendet man in der Regel die üblichen Treibmittel, wie Alkane, Fluoralkane und Chlorfluoralkane.

5 Ist eine Formulierung als Spray konfektioniert, verwendet man in der Regel wäßrig-alkoholische Lösungen.

Soll das erfindungsgemäße Mittel natürliche oder sensibilisierte Haare vor UV-Strahlen schützen, so kann es als Shampoo, Lotion, Mousse, Gel oder Emulsion zum Ausspülen vorliegen, wobei die jeweilige Formulierung vor oder nach dem Schampooieren, vor oder nach dem Färben oder Entfärben, vor oder nach der Dauerwelle aufgetragen wird; oder das Mittel liegt als Lotion, Mousse oder Gel zum Frisieren und Behandeln, als Lotion, Mousse oder Gel zum Bürsten oder Legen einer Wasserwelle, als Haarlack, Dauerwellmittel, Färbe- oder Entfärbemittel der Haare vor. Dieses Mittel kann außer der erfindungsgemäßen Verbindung verschiedene, in diesem Mitteltyp verwendete Adjuvantien enthalten, wie grenzflächenaktive Mittel, Verdickungsmittel, Polymere, weichmachende Mittel, Konservierungsmittel, Schaumstabilisatoren, Elektrolyte, organische Lösungsmittel, Silikonderivate, Öle, Wachse, Antifettmittel, Farbstoffe und/oder Pigmente, die das Mittel selbst oder die Haare färben oder andere für die Haarpflege üblicherweise verwendete Ingredienzien.

15 Die erfindungsgemäßen kosmetischen Zubereitungen können mit Hilfe von Techniken hergestellt werden, die dem Fachmann wohl bekannt sind.

Auch ohne weitere Ausführungen wird davon ausgegangen, daß ein Fachmann die obige Beschreibung in weitesten Umfang nutzen kann. Die bevorzugten Ausführungsformen sind deswegen lediglich als beschreibende, keineswegs als in irgendeine Weise limitierende Offenbarung aufzufassen.

20 Die vollständige Offenbarung aller vor- und nachstehend aufgeführten Anmeldungen, Patente und Veröffentlichungen sind durch Bezugnahme in diese Anmeldung eingeführt.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern.

25

Beispiele

Vergleichsbeispiel

30

In diesem Beispiel wurde die Fotostabilität von p-Methoxyzimtsäureoctylester in Anwesenheit von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester und im Vergleich dazu ohne diese Substanz getestet. Der Versuch wurde folgendermaßen durchgeführt:

1. Herstellung ethanolischer Lösungen mit Eusolex® 2292 einmal mit und die Vergleichslösung ohne die erfindungsgemäße Substanz:

35

Vergleichslösung

40

Gew.-%

Eusolex® 2292 (Art.-Nr. 105382)	(1)	0.8 %
Luviskol VA 37 E	(2)	10.0 %
45 Ethanol 99 % (Art.-Nr. 100983)	(1)	ad 100.0 %

Lösung A

50

Eusolex® 2292 (Art.-Nr. 105382)	(1)	0.8 %
Luviskol VA 37 E	(2)	10.0 %
55 3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester (Art.-Nr. 111887)	(1)	10.0 %
Ethanol 99 % (Art.-Nr. 100983)	(1)	ad 100.0 %

60

Bezugsquellen

65

- (1) Merck KGaA, Darmstadt
- (2) BASF, Ludwigshafen.

2. Beschichtung einer Quarzplatte mit obigen Lösungen:
0.5 ml in die Rakelöffnung

DE 196 53 892 A 1

Theoretische Schichtdicke = 25 µm
Trockenzeit = 30 min.

Abdecken der Platte mit einer zweiten Quarzplatte und Abkleben der Kanten.

3. Belichtung:

Geräte: Suntest CPS Begrenzung der Strahlung auf > 290 nm (UV-Spezialglasfilterschale) Radialux mit UV-Sensor.

Bedingungen: Bestrahlungsstärke E bei 80 W/m² (Potentiometer auf max. Stärke).

4. UV-Spektrum:

Direktmessung der Doppelplatten am Shimadzu UV 260 nach 15, 30, 60 und 180 Minuten Belichtungszeit.

5. Ergebnis:

Dosis (W/m ²)	Zersetzung	Lösung A
	Vergleichslösung	
0	0	0
25	34.4 %	25.9 %
50	45.0 %	28.9 %
100	60.8 %	33.3 %
300	83.1 %	50.2 %

Aus diesem Versuch ist klar ersichtlich, daß der Zusatz von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester die Fotostabilität des p-Methoxyzimtsäureoctylesters deutlich erhöht.

Beispiel 1

Es wird ein Pump-Spray folgender Zusammensetzung hergestellt:

		Gew.-%
3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester (Art.-Nr. 111887)	(1)	25.00
Eusolex® 2292 (Art.-Nr. 105382)	(1)	5.00
Eutanol® G	(2)	15.00
Ethanol 96 % (Art.-Nr. 100971)	(1)	ad 100.00
Parfümöl 72980	(3)	0.30

Herstellung

Zuerst löst man Eusolex® 2292 in Eutanol® G, danach gibt man unter Rühren die restlichen Komponenten und füllt das ganze in ein geeignetes Pump-Spray-System.

Bezugsquellen

- (1) Merck KGaA, Darmstadt
- (2) Henkel, Düsseldorf
- (3) Haarmann & Reimer, Holzminden.

Beispiel 2

Ein erfindungsgemäßes Öl zum Schutz vor UV-Strahlen wird hergestellt aus folgenden Komponenten.

		Gew.-%
3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester (1)		20.00
5 (Art.-Nr. 111887)		
Eusolex® 2292 (Art.-Nr. 105382)	(1)	7.00
Paraffinöl, dünnflüssig (Art.-Nr. 107174)	(1)	ad100.00
10 Miglyol® 812	(2)	15.00
Cetiol® B	(3)	22.50
Eutanol® G	(3)	8.00
15		

Herstellung

20 Unter Rühren werden alle Komponenten zusammengegeben und erwärmt, bis alle Komponenten gelöst sind. Gegebenfalls kann bei 40°C parfümiert werden.

Bezugsquellen

- 25 (1) Merck KGaA, Darmstadt
(2) Hüls Troisdorf AG, Witten
(3) Henkel, Düsseldorf.

Beispiel 3

30 Aus folgenden Komponenten stellt man eine erfindungsgemäße Sonnenschutzcreme (W/O) her.

		Gew.-%
35 A 3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester	(1)	15.00
Eusolex® 2292 (Art.-Nr. 105382)	(1)	7.00
Abil® EM 90	(2)	3.00
40 Jojobaöl	(3)	4.00
Cetiol® B	(4)	1.00
Prisorine 2021	(5)	2.00
45 Ricinusöl	(6)	1.00
Lunacera® W 80	(7)	1.50
B Glycerin (Art.-Nr. 104093)	(1)	2.00
50 Natriumchlorid (Art.-Nr. 106400)	(1)	0.40
Konservierungsmittel		q.s.
Wasser, demineralisiert		ad 100.00
55		

Herstellung

60 Die Phase A erhitzt man auf 75°C und Phase B auf 80°C. Phase B wird dann langsam in die Phase A eingerührt, homogenisiert, und dann unter Rühren abgekühlt.

Bezugsquellen

- 65 (1) Merck KGaA, Darmstadt
(2) Th. Goldschmidt, Essen
(3) Lamotte, Bremen
(4) Henkel, Düsseldorf
(5) Unichema, Emmerich
(6) Heess, Stuttgart

(7) Fuller, Lüneburg.

Beispiel 4

Aus folgenden Komponenten stellt man eine erfindungsgemäße Sonnenschutzcreme (W/O) mit einer Kombination verschiedener UV-Filter her. 5

		Gew.-%	
A	3-(N-Butylacetamino)propionsäureethylester	(1) 20.00	10
	Eusolex® 4360 (Art.-Nr. 105844)	(1) 5.00	
	Eusolex® 6300 (Art.-Nr. 5385)	(1) 6.00	
	Eusolex® 2292 (Art.-Nr. 105382)	(1) 5.00	15
	Abil EM 90	(2) 3.00	
	Jojobaöl	(3) 4.00	
	Prisorine 2021	(4) 2.00	20
	Ricinusöl	(5) 1.00	
	Lunacera W 80	(6) 1.50	
B	Glycerin (Art.-Nr. 104093)	(1) 2.00	25
	Natriumchlorid (Art.-Nr. 106400)	(1) 0.40	
	Konservierungsmittel	q.s.	30
	Wasser, demineralisiert	ad 100.00	

Herstellung

Die Phase A erhitzt man auf 75°C und Phase B auf 80°C. Phase B wird dann langsam in die Phase A eingerührt, homogenisiert, und dann unter Rühren abgekühlt. 35

Bezugsquellen

- (1) Merck KGaA, Darmstadt
- (2) Th. Goldschmidt, Essen
- (3) Heess, Stuttgart
- (4) Unichema, Emmerich
- (5) Lamotte, Bremen
- (6) Fuller, Lüneburg.

Patentansprüche

1. Verwendung von 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester in kosmetischen Formulierungen zur Verbesserung der Fotostabilität von Lichtschutzfiltern, die zu der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gehören. 50
2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Zimtsäurederivate p-Methoxyzimtsäureoctylester (Eusolex® 2292, Merck KGaA) und/oder Isoamyl-p-methoxyzimtsäureester und/oder Diethanolamin-p-methoxy-zimtsäureester verwendet werden. 55
3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Lichtschutzfilter in der kosmetischen Zubereitung 0.01 bis 40 Gew.-% beträgt.
4. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester 0,1 bis 90 Gew.-% beträgt.
5. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß weitere Lichtschutzfilter unterschiedlicher Substanzklassen, einzeln oder in Kombination, in der kosmetischen Zubereitung enthalten sein können. 60
6. Kosmetische Zubereitung, enthaltend mindestens einen Lichtschutzfilter der Substanzklasse der Zimtsäurederivate, dadurch gekennzeichnet, daß zur Verbesserung der Photostabilität dieses Lichtschutzfilters 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester verwendet wird. 65
7. Kosmetische Zubereitung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß als Zimtsäurederivate p-Methoxyzimtsäureoctylester (Eusolex® 2292, Merck KGaA) und/oder Isoamyl-p-methoxyzimtsäureester und/oder Diethanolamin-p-methoxyzimtsäureester enthalten sind.

8. Kosmetische Zubereitung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Lichtschutzfilter 0.01 bis 40 Gew.-% beträgt.
9. Kosmetische Zubereitung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an 3-(N-Butylacet-amino)-propionsäureethylester 0,1 bis 90 Gew.-% beträgt.
10. Kosmetische Zubereitung nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß weitere Lichtschutzfilter unterschiedlicher Substanzklassen, einzeln oder in Kombination, in der kosmetischen Zubereitung enthalten sein können.
11. Kosmetische Zubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 6 bis 10 mit erhöhter Gesamtkonzentration an enthaltenem Lichtschutzfilter.
12. Kosmetische Zubereitung nach einem oder mehreren der Absprüche 6 bis 11 mit Insekten abwehrender Wirkung.
13. Verfahren zur Verbesserung der Photostabilität von Lichtschutzfiltern der Substanzklasse der Zimtsäurederivate gegen ultraviolette Strahlung in kosmetischen Formulierungen, dadurch gekennzeichnet, daß man eine wirksame Menge an 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester zu der entsprechenden Formulierung gibt.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß als Zimtsäurederivate p-Methoxyzimtsäureoctylester (Eusolex® 2292, Merck KGaA) und/oder Isoamyl-p-methoxyzimtsäureester und/oder Diethanolamin-p-methoxy-zimtsäureester verwendet werden.
15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Lichtschutzfilter 0.01 bis 40 Gew.-% beträgt.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an 3-(N-Butylacetamino)-propionsäureethylester 0,1 bis 90 Gew.-% beträgt.
17. Verfahren nach einem Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß weitere Lichtschutzfilter unterschiedlicher Substanzklassen, einzeln oder in Kombination, in der kosmetischen Zubereitung enthalten sein können.